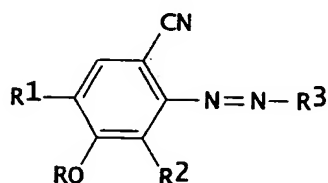


BEST AVAILABLE COPY

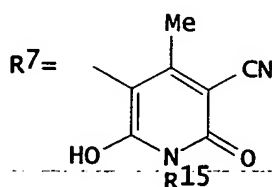
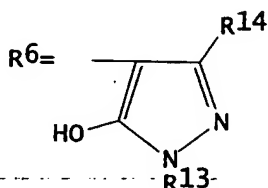
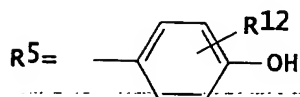
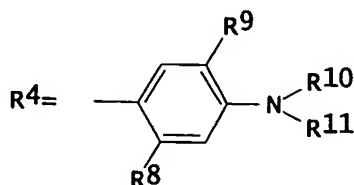
L1 ANSWER 1 CA COPYRIGHT 2001 ACS
 AN 103:38692 CA
 TI Monoazo disperse dyes
 PA Nippon Kayaku Co., Ltd., Japan
 SO Japan Kokai Tokkyo Koho, 8 pp.
 CODEN: JKXXAF
 DT Patent
 LA Japanese
 IC ICM C09B-029/085
 ICS C09B-029/12; C09B-029/36; C09B-029/42
 CC 41-3 (Dyes, Organic Pigments, Fluorescent Brighteners, and Photographic Sensitizers)

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP--60044557	A2	19850309	1983JP-0151702	19830822
GI					



I



AB The title dyes for polyester fibers were prepared having the general formula I [R = H, Me, Et; R1, R2 = MeO2C, EtO2C (or R2 = H, MeO2C, or EtO2C with R1 = PhSO2, MeSO2, or EtSO2); R3 = R4, R5, R6, R7; R8 = H, Cl, Me, MeO, EtO, AcNH, EtCONH, BzNH, MeSO2NH, EtSO2NH; R9 = H, Cl, Me, MeO, EtO; R10, R11 = H (un)substituted alkyl, allyl, PhCH2 (excluding R10 = R11 = H); R12 = Cl, Me; R13 = H, Me, Ph; R14 = Me, C2-5 alkoxyalkyl; R15 = H, C1-4 alkyl, C4-7 alkoxyalkyl]. Thus, di-Me acetonedicarboxylate [1830-54-2] was treated with ethoxymethylenemalononitrile [123-06-8] in the presence of NaOMe to obtain 2-cyano-5-hydroxy-4,6-bis(methoxycarbonyl)aniline [97138-02-8] which was then diazotized and coupled with 3-acetamido-N,N-bis(2-carbomethoxyethyl)aniline [61038-96-8] to give I (R = H, R1 = R2 = CO2Me, R3 = R4, R8 = NHAc, R9 = H, R10 = R11 = CH2CH2CO2Me) [97138-18-6], red on polyester fiber.

⑩ 日本国特許庁 (J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-44557

⑬ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)3月9日

C 09 B 29/085
29/12
29/36
29/42

7433-4H
7433-4H
7433-4H
7433-4H

審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑮ 発明の名称 不溶性モノアゾ化合物及びそれを用いる染色法

⑯ 特 願 昭58-151702

⑰ 出 願 昭58(1983)8月22日

⑱ 発 明 者 多 田 正 二 春日部市粕壁東2-3-36番地

⑲ 出 願 人 日本化薬株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目2番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 竹 田 和 彦

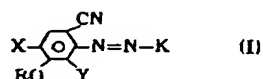
明 細 書

1. 発明の名称

不溶性モノアゾ化合物及びそれを用いる染色法

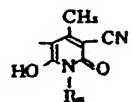
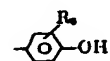
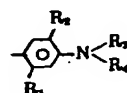
2. 特許請求の範囲

(I) 式 (I)



〔式 (I) 中 X がメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時 Y はメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基を、又 X がフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基、エチルスルホニル基の時 Y は水素、メトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基を各々表わし、R は水素、メチル基又はエチル基を表わす。

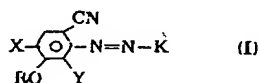
K は次式 (II), (III), (IV) 及び (V) を表わす。



〔式 (II), (III), (IV) 及び (V) において R₁ は水素、クロル、メチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基又はエチルスルホニルアミノ基を、R₂ は水素、クロル、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基を、R₃, R₄ は水素、炭素数 1 ~ 4 のア

ルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3～4のアルコシアルキル基、炭素数2～4のヒドロキシアルキル基、炭素数4～6のアシルオキシアルキル基、炭素数3～7のアルコシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコシカルボニルオキシアルキル基（但し R_2, R_4 が共に水素であることはない）を、 R_3 はクロル又はメチル基を、 R_5 は水素、メチル基又はフェニル基を、 R_6 はメチル基又は炭素数2～5のアルコシカルボニル基を、 R_7 は水素、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数4～7のアルコシアルキル基をそれぞれ表わす。）] で表わされるモノアゾ化合物。

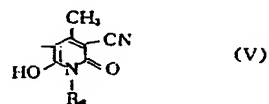
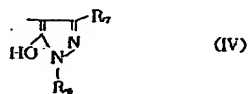
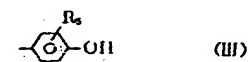
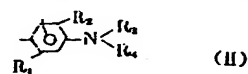
(2) 式(I)



〔式(I)中Xがメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時、Yはメトキシカル

ボニル基、エトキシカルボニル基を、又Xがフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基又はエチルスルホニル基の時、Yは水素、メトキシカルボニル基、又はエトキシカルボニル基を各々表わし、Rは水素、メチル基又はエチル基を表わす。

Kは次式(II)、(III)、(IV)又は(V)を表わす。

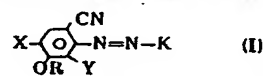


（但し式(II)、(III)、(IV)及び(V)において R_1 は水素、クロル、メチル基、メトキシ基、エ

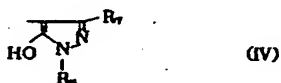
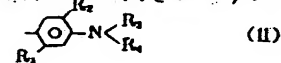
トキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基又はエチルスルホニルアミノ基を、 R_1 は水素、クロル、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基を、 R_2, R_4 は水素、炭素数1～4のアルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3～4のアルコシアルキル基、炭素数2～4のヒドロキシアルキル基、炭素数4～6のアシルオキシアルキル基、炭素数3～7のアルコシカルボニルアルキル基又は炭素数4～7のアルコシカルボニルオキシアルキル基（但し R_2, R_4 が共に水素であることはない）を、 R_3 はクロル又はメチル基を、 R_5 は水素、メチル基又はフェニル基を、 R_6 はメチル基又は炭素数2～5のアルコシカルボニル基を、 R_7 は水素、炭素数1～4のアルキル基又は炭素数4～7のアルコシアルキル基をそれぞれ表わす。）] で表わされるモノアゾ化合物を用いることを特徴とする紙水性繊維の染色法。

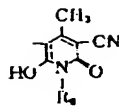
3. 発明の詳細な説明

本発明はモノアゾ化合物及びこれを用いる紙水性繊維の染色法に関する。更に詳しくは式(I)



〔式(I)中Xがメトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基の時、Yはメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基を、又Xがフェニルスルホニル基、メチルスルホニル基又はエチルスルホニル基の時、Yは水素、メトキシカルボニル基又はエトキシカルボニル基を各々表わし、Rは水素、メチル基又はエチル基を表わす。Kは次式(II)、(III)、(IV)又は(V)を表わす。





(V)

(但し式(II), (III), (IV)及び(V)においてR₁は水素、クロール、メチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ベンゾイルアミノ基、メチルスルホニルアミノ基、又はエチルスルホニルアミノ基を、R₂は水素、クロール、メチル基、メトキシ基又はエトキシ基を、R₃, R₄は水素、炭素数1~4のアルキル基、アリル基、ベンジル基、シアノエチル基、炭素数3~4のアルコキシアルキル基、炭素数2~4のヒドロキシアルキル基、炭素数4~6のアシルオキシアルキル基、炭素数3~7のアルコシカルボニルアルキル基又は炭素数4~7のアルコシカルボニルオキシアルキル基(但しR₂, R₄が共に水素であることはない)を、R₅はクロール又はメチル基を、R₆は水素、メチル基又はフェニル基を、R₇は炭素数2~5の

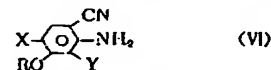
シアニリン、2-シアノ-4-エチルスルホニル-5-ヒドロキシ-シアニリン、2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシ-シアニリン、2-シアノ-4-エチルスルホニル-5-メトキシ-シアニリン、2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニル-シアニリン、2-シアノ-4-エチルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-メトキシカルボニル-シアニリン等が例示されるが、これらは新規な化合物であり、エトキジメチレンマロンジニトリルとXCH₂COCH₂Y(X, Yは前記を意味する)で示されるケトンを経由してナトリウムアルコラートの存在下縮合後、更に必要に応じてこの縮合物にジメチル硫酸、ジエチル硫酸等のアルキル化試料を反応せしめて製造されるものである。

本発明に於いて使用するカップリング成分式(II)~(V)は、アゾ系分散染料を製造する際、通常使用されるカップリング成分であり例えばN-エチル-N-シアノエチル-アニリン、N-

特開昭60-44557(3)

アルコシカルボニル基を、R₆は水素、炭素数1~4のアルキル基又は炭素数4~7のアルコシアルキル基をそれぞれ表わす。)で表わされるモノアゾ化合物及びこれを用いる硬水性繊維の染色法に関する。

本発明にかかる式(I)のモノアゾ化合物は式(VI)



(VI)

(式中X, Y, Rは前記を意味する)

で示されるアニリン誘導体をジアゾ化してK II(Kは前記を意味する)で示されるカップリング成分にカップリングすることにより製造される。

本発明に於いて使用する式(VI)で示されるアニリン誘導体の具体的な例としては2-シアノ-4-メトキシカルボニル-5-ヒドロキシ-6-メトキシカルボニル-アニリン、2-シアノ-4-エトキシカルボニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニル-アニリン、2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキ

-メチル-N-アセトキシエチル-メタートルイジン、N,N-ジエチル-アセチル-メタミン、N,N-ジアリル-2-メトキシ-5-アセチルアミノ-アニリン、N,N-ジエチル-3-エチルスルホニルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(β-ヒドロキシエチル)-3-ベンゾイルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(メトキシカルボニルエチル)-3-アセチルアミノ-アニリン、N,N-ジ-(β-メトキシカルボニルオキシエチル)-3-アセチルアミノ-アニリン、オルソ-クレゾール、3-クロール-フェノール、1-フェニル-3-メチル-ピラゾロン、1-フェニル-3-メトキシカルボニル-ピラゾロン、1-(3,4'-ジクロール-フェニル)-3-メチル-ピラゾロン、1-ブチル-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシ-ピリドン(-2)、1-(γ-メトキシエチル)-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシ-ピリドン(-2)等が例示される。

本発明に於けるジアゾ化及びカップリングは

常法で行うことが出来る。例えば、式(VI)のアニリン誘導体に硝酸酸或いは酢酸、プロピオン酸混合液中、5℃以下でニトロシル硫酸を作用せしめると容易にジアゾ化され、このジアゾ化液をカップリング成分を含有する水溶液乃至分散液中に10℃以下で加えると容易にカップリングする。この際必要に応じてソーダ灰、硫酸ソーダ等を加えてpHを調整することが望ましい。

本発明により得られるモノアゾ化合物は親水性繊維、特にポリエステル繊維、トリアセテート繊維等の染色又は捺染に好適である。染色に際しては、該アゾ化合物を分散剤により分散化し、必要ならば他の染色助剤と混合してなる染料組成物として用いる。即ち該モノアゾ化合物をナフタレンスルホン酸のホルムアルデヒド縮合物、リグニンスルホン酸、硫酸化クレオソート油等のアニオン系分散剤又はエチレンオキサイドとプロピオンオキサイドのブロック共重合体、アルキルフェノールのエチレンオキサイド附加物等の非イオン活性剤と少量の水の存在下

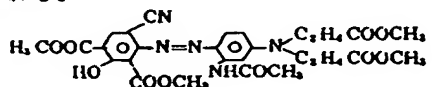
に、ボールミル或いはサンドミル等を用いて充分に湿式粉碎して染料組成物を得ることが出来る。この組成物を使用して、常法の高温染色、キャリアー染色、サーモゾル染色、捺染等を行う。連続染色の場合にはアルギン酸ソーダ等のマイグレーション防止剤、還元防止剤を、又捺染の場合には天然糊料、合成糊剤、pH調整剤、誘染剤等を併用するのが望ましい。又還元剤、アルカリ剤を含む抜染糊をオーバープリントすることにより、防抜染、耐抜染等の柄捺染を行うことが出来る。

本発明によるモノアゾ化合物は、紫、赤、黄色等の色相に染色をなし得るが、色相が極めて鮮明であり耐光、耐熱、耐湿潤堅牢度に優れている。又特に強調し得ることは、本発明の化合物は水酸基、或いはカルボキシル基を有しているので未染色化合物はアルカリ剤により容易に除去出来、白濁汚染性が少なく、又アルカリ抜染に於いても抜染部の白度が極めて優れるという特性を有するものである。

以下に実施例をあげて本発明を具体的に説明するが「部」及び「%」は、それぞれ「重量部」及び「重量%」を示す。

実施例 1.

酢酸-プロピオン酸(4:1)50部に2-シアノ-4,6-ジ- (メトキシカルボニル)-5-ヒドロキシアニリン5部を加え、攪拌下3℃以下で44%ニトロシル硫酸6部を加えて1時間攪拌し、ジアゾ化する。N,N-ジ- (メトキシカルボニルエチル)-3-アセチルアミノ-アニリン6.5部を含む2%塩酸溶液300部に、10℃以下で攪拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水500部を加えて1時間攪拌し、析出する化合物を分別し、水洗乾燥する。下記構造の化合物9.3部が得られる。



λ_{\max} 522 m (85%アセトン水溶液)

ポリエステル繊維の染色色相 赤

本実施例で使用した2-シアノ-4,6-ジ- (メトキシカルボニル)-5-ヒドロキシアニリンは下記の如く合成する。

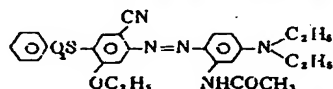
アセトンジカルボン酸ジメチルエステル14部をメタノール70部に溶解し、10℃以下で28%ナトリウムメタラートメタノール溶液15部を加え30分攪拌する。エトキシメチレンマロンジニトリル7.2部を加え20±2℃で1時間攪拌後、昇温し60-65℃で1時間攪拌する。10℃迄冷却し析出する結晶を分別し水洗し乾燥する。2-シアノ-4,6-ジ- (メトキシカルボニル)-5-ヒドロキシアニリン6.7部が得られる。
mp 290-291℃(分解)

実施例 2.

酢酸-プロピオン酸(4:1)30部に2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリン3部を加え、攪拌下3℃以下で44%ニトロシル硫酸3部を加えて1時間攪拌し、ジアゾ化する。N,N-ジエチル-アセトメチルアミン2.1部を含む1.5%塩酸溶液300部に10℃以下で攪

拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水500部を加えて1時間攪拌し析出する化合物をろ別し、水洗乾燥する。

下記構造のモノアゾ化合物4.3部が得られる。



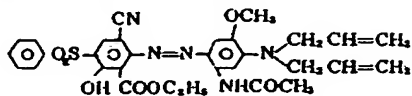
λ_{\max} 530 nm (85%アセトン水溶液)

ポリエステル繊維の染色色相 赤

本実施例で使用した2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリンは下記の通り合成する。

ベンゼンスルフィン酸ナトリウム・2水塩4.0部クロルアセトン2.3部をジメチルホルムアミド中90±2℃で2時間攪拌する。氷水200部中に注加し析出物をろ別し、水洗乾燥する。フェニルスルホニルアセトン3.2部が得られる。mp 56-58℃、フェニルスルホニルアセトン6部をエタノール50部に加え10℃以下で2.8%ナトリウムメチラートのメタノール溶液1.6部を加え

6-エトキシカルボニルアニリン3.3部を加え、攪拌下、3℃以下で、4.4%ニトロシル硫酸3部を加え1時間攪拌してジアゾ化する。N,N-ジエチル-2-メトキシ-5-アセチルアミノアニリン3部を含有する1.5%塩酸溶液300部中に10℃以下で攪拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水500部を加えて1時間攪拌し、析出する化合物をろ別し、水洗乾燥する。下記構造の化合物4.3部が得られる。



λ_{\max} 570 nm (85%アセトン水溶液)

ポリエステル繊維の染色色相 紫

本実施例で使用した2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ-6-エトキシカルボニルアニリンは下記の如く合成する。

ベンゼンスルフィン酸ナトリウム2水塩4部、1-クロルアセトン酢酸エチル3.5部をジメチルホルムアミド25部中90±2℃で2時間攪拌す

特開昭60-44557(6)

て30分攪拌する。エトキシメチレンマロンジニトリル3.6部を加え室温で1時間更に75±5℃で30分攪拌する。

反応液をろ別し、ろ液を氷水500部中に注加し炭塩酸を加えてpH=2-3とし、析出するやゝハルツ状の析出物をろ別し、水洗する。2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシアニリンが得られる。アルコールより再結晶するとmp 208-211℃を示す。

2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシアニリン3.6部を氷水50部、苛性ソーダ0.8部中室温で攪拌し、ジエチル硫酸2.5部を約1時間を要して滴下し更に12時間攪拌する。析出物をろ別し、水洗乾燥すると2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリンが得られる。アルコールより再結晶するとmp 254-257℃を示す。

実施例3.

酢酸-プロピオン酸(4:1)40部に2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-ヒドロキシ

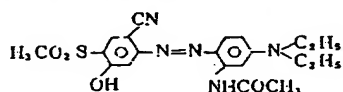
アニリン3.3部を加え、攪拌下、3℃以下で、4.4%ニトロシル硫酸3部を加え1時間攪拌してジアゾ化する。N,N-ジエチル-2-メトキシ-5-アセチルアミノアニリン3部を含有する1.5%塩酸溶液300部中に10℃以下で攪拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水500部を加えて1時間攪拌し、析出する化合物をろ別し、水洗乾燥する。下記構造の化合物4.3部が得られる。

実施例4.

酢酸-プロピオン酸(4:1)30部に2-シアノ-4-メチルスルホニル-5-ヒドロキシアニリン2.2部を加え、攪拌下3℃以下で4.4%ニトロシル硫酸3.0部を加える。1時間0±3℃で攪拌してジアゾ化する。N,N-ジエチルアセトメチン2.1部を含む2%塩酸溶液に10℃以下で攪拌下、前記ジアゾ化液を滴下する。氷水

特開昭60-44557(6)

500部を加えて10℃以下で1時間攪拌し、析出物を分別し、水洗し、乾燥する。下記構造のモノアゾ化合物3.4部が得られる。



λ_{\max} 498 nm (85%アセトン水溶液)

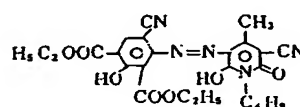
ポリエステル繊維の染色色相 赤

本実施例で使用した2-シアノ-4-メチルスルホニル-5-ヒドロキシ-アニリンは、実施例2に記載したベンゼンスルフィン酸ソーダ2水塩の代わりにメタンスルフィン酸ナトリウム塩を使用して2-シアノ-4-フェニルスルホニル-5-エトキシアニリンと同様に合成する。

実施例5.

酢酸-プロピオン酸(4:1)30部に2-シアノ-4,6-ジエトキシカルボニル-4-ヒドロキシ-アニリン2.7部を加え、攪拌下3℃以下で44%ニトロシル硫酸3部を加える。50℃で時間攪拌しジアゾ化する。

4-ブチル-3-シアノ-4-メチル-6-ヒドロキシ-ピリドン(-2)2.3部を苛性ソーダ0.2部、ソーダ灰7部と共に水300部中で攪拌し、10℃以下で前記シアノ化液を滴下する。この際20%ソーダ灰水溶液を適時加えながらpHを9乃至6に調整する。析出する結晶を分別し、水洗乾燥すると下記構造のモノアゾ化合物4.0部が得られる。

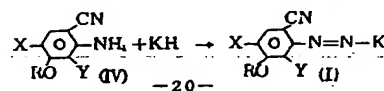


λ_{\max} 421 nm (85%アセトン水溶液)

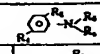
ポリエステル繊維の染色色相 黄色

実施例6~46.

実施例1~5と同様にして式(VI)のアニリン誘導体をジアゾ化してKHのカップリング成分にカップリングすると式(I)のモノアゾ化合物が得られる



No.	IV			KH				λ_{\max} nm (85%アセトン 水溶液)	ポリエステル 繊維の 染色色相
	X	Y	R	$R_1 \text{---} R_2 \text{---} R_3 \text{---} R_4$					
				R_1	R_2	R_3	R_4		
6	-COOC ₂ H ₅	-COOC ₂ H ₅	-H	-NHCOCH ₃	-OC ₂ H ₅	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	565	黄
7	"	"	"	"	-H	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	539	赤
8	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	527	"
9	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ OCOOC ₂ H ₅	-C ₆ H ₄ OCOOC ₂ H ₅	525	"
10	"	"	"	-NHCO ₂ CH ₃	"	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	527	"
11	"	"	"	-NHCO ⁺	"	"	"	527	"
12	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	515	"
13	"	"	"	-CH ₃	-H	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅ CN	508	"
14	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	505	"
15	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	513	"
16	"	"	"	-Cl	"	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	-C ₆ H ₄ OCOCH ₃	492	黄赤
17	"	"	"	CH ₃ O-	CH ₃ O-	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	537	赤
18	-COOC ₂ H ₅	-COOC ₂ H ₅	"	-NHCOCH ₃	-H	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	539	"
19	"	"	"	CH ₃	"	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	505	"
20	"	"	"	"	"	-C ₆ H ₄ OCH ₃	-C ₆ H ₄ OCH ₃	510	"
21	"	"	"	-NHCO ₂ C ₆ H ₅	CH ₃ O-	-CH ₂ CH=CH ₂	-CH ₂ CH=CH ₂	562	黄
22	-SO ₃ ⁻	-H	"	-NHCOCH ₃	-H	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	-C ₆ H ₄ COOCH ₃	485	黄赤
23	"	"	"	-NHCOCH ₃	"	-C ₆ H ₅ CN	-H	472	"
24	"	"	"	-CH ₃	"	$\begin{matrix} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2- \end{matrix}$	$\begin{matrix} \text{OH} \\ \\ -\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2-\text{CH}_2- \end{matrix}$	479	"
25	"	"	-C ₆ H ₅	-NHCOCH ₃	"	-C ₆ H ₅ CN	-C ₆ H ₅	501	赤
26	"	"	-CH ₃	"	"	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	506	"

No.	IV			K H				λ_{max} nm (65%アセトン) 水 酒 酸	ポリエステル 繊維の 染色性
	X	Y	R						
				R ₁	R ₂	R ₃	R ₄		
28	-SO ₃ ⊕	-COOCH ₃	-H	-NRCOCH ₃	-H	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	568	赤
29	-	-	-	-	CH ₃ O-	-CH ₂ CH=CH ₂	-CH ₂ CH=CH ₂	570	-
30	-SO ₃ C ₆ H ₅	-H	-	-	-H	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	498	赤
31	-SO ₃ CH ₃	-	-C ₆ H ₅	-	-	-	-	513	-
32	-	-	-CH ₃	-	-	-	-	513	-
33	-	-	-	-CH ₃	CH ₃ O-	-	-	495	黄赤
34	-	-	-	-NRCOCH ₃	-CH ₃	-C ₆ H ₄ OCH ₃	-H	492	-
35	-COOCH ₃	-COOCH ₃	-	-NRCOCH ₃	-Cl	-C ₆ H ₅	-C ₆ H ₅	510	赤
36	-	-	-	C ₆ H ₅ O-	C ₆ H ₅ O-	-C ₆ H ₄ OH	-C ₆ H ₄ OH	548	-
37	-	-	-	-H	-H	-C ₆ H ₅	-CH ₃ ⊕	492	黄赤
38	-COOC ₆ H ₅	-COOC ₆ H ₅	-H	o-メチル-フェノール				441	黄
39	-	-	-	p-クロル-フェノール				439	-
40	-	-	-	1-フェニル-3-メチル-ピラゾロン				435	-
41	-	-	-	3-メチル-ピラゾロン				430	-
42	-	-	-	1-メチル-3-メチル-ピラゾロン				432	-
43	-	-	-	1-フェニル-3-エトキシカルボニル-ピラゾロン				437	-
44	-COOCH ₃	-COOCH ₃	-	N-ブチル-3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロキシピリドン (-2)				420	-
45	-	-	-	N-(1-メチル-2-ヒドロキシ-3-メチル-5-ヒドロキシ ピリドン(-2))-3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロ キシピリドン(-2)				418	-
46	-	-	-	3-シアノ-4-メチル-5-ヒドロキシピリドン				415	-

実施例 4 7.

実施例 1 で得られたモノアゾ化合物 30 部、デモール N (アニオン分散剤、花王アトラス製) 40 部、デモール C (アニオン分散剤、花王アトラス製) 30 部に若干量の水を加えスラリーとしサンドミルで充分攪拌粉砕して微細に分散した状態にし、スプリードライヤーで乾燥する。水に良好に分散する染料組成物が得られる。このようにしてえられた染料組成物 4 部に水 3000 部を加えて分散液とし、若干量の酢酸を加えて pH=5K 調整する。ポリエステル加工糸織物 100 部を浸漬し、加圧下 130℃とし、全温度で 1 時間染色する。次いで染布を充分ソーピングして乾燥すると鮮明な赤色の染色物が得られる。日光、昇華、湿潤堅牢度が良好である。

実施例 4 8.

実施例 4 7 記載の染料組成物 20 部に水 1000 部を加えて分散液とするポリエステル加工糸織物を浸漬し、次いで 70%重量増加まで絞り、100℃で一旦乾燥後 210℃で 60 秒乾熱処理する。

更に還元洗滌を行い充分水洗する。均一な赤色の染色物が得られる。

実施例 4 9.

実施例 2 記載のモノアゾ化合物よりの染料組成物	4 部
元糊	60 部
酒石酸	0.2 部
亜塩素酸ソーダ	0.5 部
水	35.5 部
計	100 部

* 元糊

$$\left(\begin{array}{l} \text{シグニング 301 EX-RF 12\%} \\ \text{(ガム系糊剤)} \\ \text{水 80\%} \end{array} \right)$$

上記組成の混合物をホモミキサーで混合し、染料糊を調製する。この染料糊でポリエステル繊維織物に捺印し、80±5℃で 30 分中間乾燥する。次いで 130℃ 30 分間スチーマーを行い発色せしめる。水洗し続いて湯洗して脱糊せしめ、還元洗滌すると堅牢な赤色の染料物が得られる。

特開昭60- 44557(8)

実施例 5 0.

塩化第一錫	10部
サンソルト7000(芳香族系キャリアー)	10部
ローカストビーンガム天然ゴム12%水溶液	60部
水	20部
計	100部

上記をホモミキサーで混合し拔染糊を調製し実施例47記載の赤色染色布に印捺する。中間乾燥後130°20分間スチーミングを行う。

次いで水洗、湯洗、還元洗滌することにより抜染糊印捺部の白度が優れた赤色柄染色布が得られる。

実施例 5 1.

炭酸ソーダ	5部
グリセリン	10部
ソルビトールゼC-5(エーテル化澱粉系糊剤)	5部
スノールアルギンSSL(アルギン酸ソーダ系糊剤)	55部
水	30部
計	100部

上記組成のアルカリ抜染糊をポリエステル加工

糸織物に印捺し、中間乾燥する。次いで下記組成の抜染色糊をオーバープリントする。

実施例1記載のモノアゾ化合物からの染料組成物	6部
ソルビトールゼC-5	5部
スノールアルギンSSL	60部
水	34部
計	100部

中間乾燥後130℃20分間スチーミングを行い、水洗、湯洗、還元洗滌する。アルカリ抜染糊を印捺した部分の白度が優れた赤色柄染色布が得られる。

特許出願人 日本化薬株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.